

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 02-056213

(43)Date of publication of application : 26.02.1990

(51)Int.Cl.

B01D 53/04  
F25J 3/08

(21)Application number : 01-095873

(71)Applicant : TEISAN KK

(22)Date of filing : 15.04.1989

(72)Inventor : NAGAMURA TAKASHI  
YAMASHITA NAOHIKO

(30)Priority

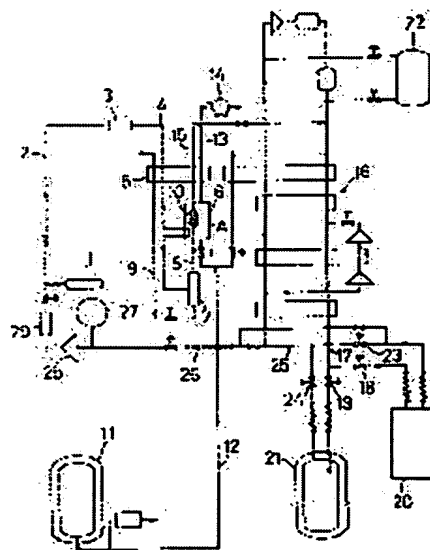
Priority number : 363 9428    Priority date : 15.04.1988    Priority country : JP

## (54) METHOD FOR REFINING LOW-BOILING-POINT MATERIAL

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To adsorb and remove impurities in a raw material to be refined to refine the raw material by cooling an adsorption tower packed with an adsorbent, and passing the low boiling point raw material through the adsorption tower.

**CONSTITUTION:** Liquefied nitrogen is flushed into the closed space A between the adsorption tower 10 and a vessel 6 to gasify the liquefied nitrogen. Consequently, the atmosphere in the closed space A is cooled by the heat of vaporization to a temp. ( $-208^{\circ}\text{C}$ ) lower than the temp. of the liquefied nitrogen, and the atmosphere in the closed space A is used as the cold source for cooling the adsorption tower 10 and the raw material. The impurities in the raw material (e.g., helium) is filtered off by a separator 7, and the raw material is then introduced into the adsorption tower 10 arranged in the vessel 6 and contg. an adsorbent such as activated carbon and a molecular sieve. Meanwhile, the impurities (e.g., air) separated by the separator 7 is discharged to the outside of the system by a conduit 9 via a heat exchanger 5.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平2-56213

⑬ Int. Cl.<sup>5</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成2年(1990)2月26日

B 01 D 53/04  
F 25 J 3/08

J 8516-4D  
7636-4D

審査請求 未請求 請求項の数 6 (全5頁)

⑮ 発明の名称 低沸点物質精製方法

⑯ 特 願 平1-95873

⑰ 出 願 平1(1989)4月15日

優先権主張 ⑱ 昭63(1988)4月15日 ⑲ 日本(JP) ⑳ 特願 昭63-94289

㉑ 発 明 者 長 村 幸 兵庫県加古郡播磨町新島16

㉒ 発 明 者 山 下 直 彦 兵庫県加古郡播磨町新島16

㉓ 出 願 人 ティサン株式会社 東京都港区虎ノ門1丁目15番12号 (日本瓦斯協会ビル内)

㉔ 代 理 人 弁理士 北 村 修

明 細 書

1 発明の名称

低沸点物質精製方法

2 特許請求の範囲

1. 吸着剤が充填された吸着塔(10)を液体窒素を用いて冷却し、該吸着塔(10)内へ液体窒素よりも低沸点である低沸点物質の被精製原料を送給して該吸着塔(10)内を経由させることにより、前記被精製原料中の不純成分を吸着除去して前記被精製原料を精製する低沸点物質精製方法であって、前記被精製原料を吸着塔(10)内へ送給する前に、前記被精製原料を液体窒素を用いて冷却してその不純成分を凝縮液化させ、該不純成分を液化除去する低沸点物質精製方法。

2. 前記低沸点物質がヘリウムである請求項1記載の低沸点物質精製方法。

3. 前記低沸点物質が水素である請求項1記載の低沸点物質精製方法。

4. 前記低沸点物質がネオンである請求項1記

載の低沸点物質精製方法。

5. 前記低沸点物質がヘリウム、水素及びネオンの少なくとも二つを含む混合ガスである請求項1記載の低沸点物質精製方法。

6. 前記吸着塔(10)の周囲に、真空吸引されて減圧された閉空間(A)を形成すると共に、該閉空間(A)内へ液体窒素をフラッシュさせることにより、該閉空間(A)の雰囲気を前記液体窒素の温度よりも低温に冷却し、該閉空間(A)の雰囲気を、前記吸着塔(10)の冷却用及び前記吸着塔(10)内へ給送する前の前記被精製原料の冷却用の寒冷源として兼用する請求項1記載の低沸点物質精製方法。

3 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、酸素や窒素等の不純成分を含有し且つ液体窒素よりも低沸点である、ヘリウムや水素やネオン等の低沸点物質の被精製原料から、前記不純成分を除去することにより、前記低沸点物質を精製する方法に関する。

## 〔従来の技術〕

従来の低沸点物質精製方法につき、ヘリウム  
の精製方法を例にとって説明する。

ヘリウム精製方法としては、例えば第2図に  
示す如く、ヘリウムの被精製原料即ちバルブ  
(51)の開栓によって供給される新規の被精製原  
料が、乾燥器(53)内へ送り込まれて該乾燥器  
(53)によって水分や二酸化炭素が吸着除去され  
た上で、冷却のため熱交換器(55)を経由させら  
れた後、液体窒素(56)中に吸着塔(57)が浸漬さ  
れてなる吸着装置(58)内へ送り込まれて該吸着  
装置(58)によって酸素や窒素等の不純成分が吸  
着除去されるものがあった。なお、上述の如く  
不純成分が除去されて精製されたヘリウムは、  
ヘリウム液化装置へ送給されて液化され、所定  
の容器又は被冷却体へ送給されるようになって  
いる。

## 〔発明が解決しようとする課題〕

かかる従来のヘリウム精製方法によってヘリ  
ウムを精製する場合は、乾燥器(53)による水分

長くなるという問題があった。

本発明はかかる事情に鑑みてなされたもので  
あり、上述した如き問題を解消し得る低沸点物  
質精製方法、即ち、より不純成分の多い低沸点  
物質を精製し得る低沸点物質精製方法及び該低  
沸点物質を高効率にて精製し得る低沸点物質精  
製方法を提供することを目的とする。

## 〔課題を解決するための手段〕

本発明に係る低沸点物質精製方法は、吸着剤  
が充填された吸着塔を冷却し、該吸着塔内へ前  
記低沸点物質の被精製原料を送給して該吸着塔  
内を経由させることにより、前記被精製原料中  
の不純成分を吸着除去して前記被精製原料を精  
製する低沸点物質精製方法であって、前記被精  
製原料を吸着塔内へ送給する前に、前記被精製  
原料を冷却してその不純成分を凝縮液化させ、  
該不純成分を液化除去する点に特徴を有してい  
る。

なお、前記低沸点物質としては、ヘリウム、  
水素、ネオン等が挙げられる。

や二酸化炭素の吸着除去に加え、吸着装置(58)  
(実質的に吸着塔(57))によるわずかの酸素やわ  
ずかの窒素等の不純成分の吸着除去が行われる  
に過ぎず、より不純成分(具体的には空気等)の  
多いヘリウムを精製する必要があるときに対処  
しきれないという問題があった。

また、前記吸着装置(58)は吸着塔(57)が周囲  
の液体窒素(56)によって冷却されるものである  
ため、該吸着塔(57)は前記液体窒素(56)の温度  
以下には冷却されない。ところで、酸素や窒素  
等の不純成分に対する活性炭やモレキュラーシ  
ープ(商品名)等の吸着剤の吸着性能は低温ほど  
優れているので、その吸着性能を向上させるべ  
く前記吸着塔(57)を例えば液体窒素(56)の温度  
以下に冷却したいときには、より高価な寒冷源  
が必要になるという問題があった。

また、多量の空気がヘリウムに混合している  
場合、この空気をこれまでのように吸着剤に吸  
着させるという方法では多量の吸着剤を必要と  
し、吸着装置も大型になり、従って再生時間も

そして、かかる方法を実施するに際しては、  
前記吸着塔の周囲に、真空吸引されて減圧され  
た閉空間を形成すると共に、該閉空間内へ液体  
窒素をフラッシュさせることにより、該閉空間  
の雰囲気を前記液体窒素の温度よりも低温に冷  
却し、該閉空間の雰囲気を、前記吸着塔の冷却  
用及び前記吸着塔内へ送給する前の前記被精製  
原料の冷却用の寒冷源として兼用することが好  
ましい。

## 〔作用〕

かかる本発明方法によれば、前記被精製原料  
が吸着塔内へ送給される前に、該被精製原料を  
冷却してその中に含有される酸素や窒素等の不  
純成分を凝縮液化させることとしているため、  
その冷却された被精製原料を例えばセパレータ  
にかけることによって前記不純成分を濾過除去  
することができる結果、前記不純成分の含有量  
を減少させた状態で被精製原料を吸着塔内の送  
給することができる。

## 〔発明の効果〕

従って、例えば凝縮器やセパレータによる予備的な精製処理を行わないまま被精製原料を吸着塔へ送給して酸素や窒素等の不純成分の吸着除去を行う従来方法に比し、本発明方法による場合は、上述の如く酸素や窒素等の不純成分を液化分離した上で被精製原料を吸着塔内へ送給し、該吸着塔内で更に前記不純成分を吸着除去することができるので、低沸点物質を短時間で精製することができる。従って、より不純成分（具体的には空気等）の多い低沸点物質も効率よく精製することができる。

また、被精製原料を吸着塔内へ送給する前に上述の如く被精製原料を冷却してその中に含有される酸素や窒素等の不純成分を凝縮液化させるには、何らかの凝縮器が必要となるが、前記吸着塔を冷却するためにその周囲に、真空吸引されて減圧された閉空間を形成すると共に、該閉空間内へ液体窒素をフラッシュさせることにより、該液体窒素を気化させてその気化熱によって該液体窒素の温度よりも低温にまで冷却し

た前記閉空間の雰囲気、上述の如く、前記吸着塔内へ送給する前の被精製原料の冷却用寒冷源としても兼用することとすれば、これが前記凝縮器として作用することとなって新たに凝縮器を設ける必要がなくなり、効率的である。なお、前記閉空間の雰囲気は本来的には前記吸着塔を冷却するのに用いられるものであるが、該雰囲気は供給される液体窒素の温度よりも低温にまで冷却されているため、吸着塔を液体窒素中に浸漬してこれを冷却する従来方法に比し、より低温に吸着塔が冷却され、該吸着塔による前記不純成分の吸着性能も向上する。

#### 〔実施例〕

以下、本発明の実施例を図面に基づいて説明する。

第1図において、(1)は液体窒素（沸点： $-196^{\circ}\text{C}$ ）よりも低沸点である低沸点物質の一例たるヘリウム（沸点： $-269^{\circ}\text{C}$ ）の被精製原料を収納するボンベであり、該ボンベ(1)内の被精製原料は、導管(2)によって乾燥器(3)内へ

導かれ、該乾燥器(3)を通過する間に水分や二酸化炭素が乾燥除去された上で、導管(4)によって熱交換器(5)内及び空間(6)内を経由させられた後、セパレータ(7)内へ送給されるようになっている。

該セパレータ(7)は、前記被精製原料中の酸素や窒素等の不純成分を凝縮液化した状態で濾過除去するためのフィルタを備えている。そして該セパレータ(7)からは2本の導管(8)、(9)が引き出されており、そのうちの一方の導管(8)はセパレータ(7)にて前記不純成分を濾過除去した被精製原料を前記容器(6)内に配され活性炭やモレキュラーシーブ等の吸着剤を内蔵する吸着塔(10)内へ導く一方、他方の導管(9)はセパレータ(7)にて濾過除去した前記不純成分（具体的には空気）を前記熱交換器(5)経由で系外へ導くようになっている。

さて、前記容器(6)内には前述の如き吸着塔(10)が配されているが、容器(6)内であって吸着塔(10)の周囲には閉空間(A)が形成されてい

る。そして該閉空間(A)内の雰囲気は導管(13)経由で真空ポンプ(14)による真空吸引が行われて減圧される一方で、該閉空間(A)内へは液体窒素容器(11)内に収納された液体窒素（温度： $-196^{\circ}\text{C}$ ）が導管(12)経由でフラッシュされつつ供給されるようになっている。なお該液体窒素の一部は後述するヘリウム液化サイクル(16)の寒冷源としても用いられる。

また、前記吸着塔(10)を経由することによって酸素や窒素等の不純成分が吸着除去された被精製原料、即ち精製済みのヘリウムガスは導管(15)経由でヘリウム液化サイクル(16)へ送給されるようになっている。そして該精製済みのヘリウムガスは前記ヘリウム液化サイクル(16)によって液化され、これによって得られる液体ヘリウムは導管(17)を経由した後、バルブ(18)、(19)の開閉に基づいて被冷却体(20)又は液体ヘリウム容器(21)内へ供給されるようになっている。

なお、前記ヘリウム液化サイクル(16)に付設

されたバッファタンク(22)は、前記乾燥器(3)やセバレータ(7)や吸着塔(10)等を用いて被精製原料が精製されて得られる前記ヘリウムガスを貯溜しておくものであり、前記ポンプ(1)の交換や精製部(乾燥器(3)や吸着塔(10)等)の再生等に起因して前記ヘリウムガスの前記ヘリウム液化サイクル(16)への供給が不足するときには該バッファタンク(22)から前記ヘリウムガスを供給し、液体ヘリウムを連続的に得ることができる結果、例えば前記被冷却体(20)を連続的に冷却することができるようになっている。

なお、前記被冷却体(20)及び/又は液体ヘリウム容器(21)から排出される低温ヘリウムは、バルブ(23)、(24)の開閉に基づいて導管(25)内へ送給され、更に該導管(25)、ウォーム(26)、回収コンプレッサ(28)、油除去装置(29)等を経由して再生用の被精製原料として前記導管(2)へ戻されると共に、その一部は前記ヘリウム液化サイクル(16)の寒冷源として用いられる。なお回収コンプレッサ(28)の上流側に付設されてい

るホルダ(27)は、回収コンプレッサ(28)にて処理しきれないヘリウムを一旦貯溜するためのものである。

かかる構成の設備を用いて本発明方法を実施する場合は、吸着塔(10)と容器(6)との間の閉空間(A)内へ液体窒素をフラッシュさせることにより、該液体窒素を気化させてその気化熱によって閉空間(A)の雰囲気を前記液体窒素の温度よりも低温(具体的には $-208^{\circ}\text{C}$ )に冷却し、該閉空間(A)の雰囲気、前記吸着塔(10)の冷却用及び前記吸着塔(10)内へ送給する前の前記被精製原料の冷却用の寒冷源として兼用することができる。

そして、該閉空間(A)の雰囲気で前記吸着等(10)を冷却することにより、吸着塔を液体窒素中に浸漬してこれを冷却する従来方法に比し、より低温に吸着塔(10)が冷却され、該吸着塔(10)による前記不純物の吸着性能が向上する。

また、前記閉空間(A)の雰囲気で前記被精製原料を吸着塔(10)内の送給前に冷却することに

より、その中に含有される酸素や窒素等の不純成分を凝縮液化させ、その冷却された被精製原料をセバレータ(7)にかけることによって前記不純成分を濾過除去することができる結果、前記不純成分の含有量を減少させた状態で被精製原料を吸着塔(10)内へ送給することができる。

また、かかる設備を用いる場合は、被冷却体(20)を経ることによって空気が混合したヘリウムガスを捨てることなく回収することができ、高価なヘリウムの有効利用を図ることができる。

なお、上述の実施例においては、前記被精製原料を吸着塔(10)内への送給前に冷却してその中に含有される不純成分を凝縮液化させるのに、前記被精製原料を導管(4)を用いて容器(6)内へ導き、該容器(6)内の閉空間(A)の雰囲気中で冷却することとしたが、導管(4)の中途に別の凝縮器を設け、該凝縮器にて前記被精製原料を冷却することも考えられる。

(別実施例)

上述の実施例は、前記低沸点物質がヘリウム

である場合について言及したが、前記低沸点物質がヘリウム以外の物質、例えば水素(沸点： $-253^{\circ}\text{C}$ )又はネオン(沸点： $-246^{\circ}\text{C}$ )である場合においても、本発明方法は上述の実施例と同様にして適用することができる。

また、前記低沸点物質が、ヘリウム、水素及びネオンの少なくとも二つを含む混合ガスである場合においても、本発明方法は上述の実施例と同様にして適用することができる。

なお、特許請求の範囲の項に図面との対照を便利にする為に符号を記すが、該記入により本発明は添付図面にて示される方法に限定されるものではない。

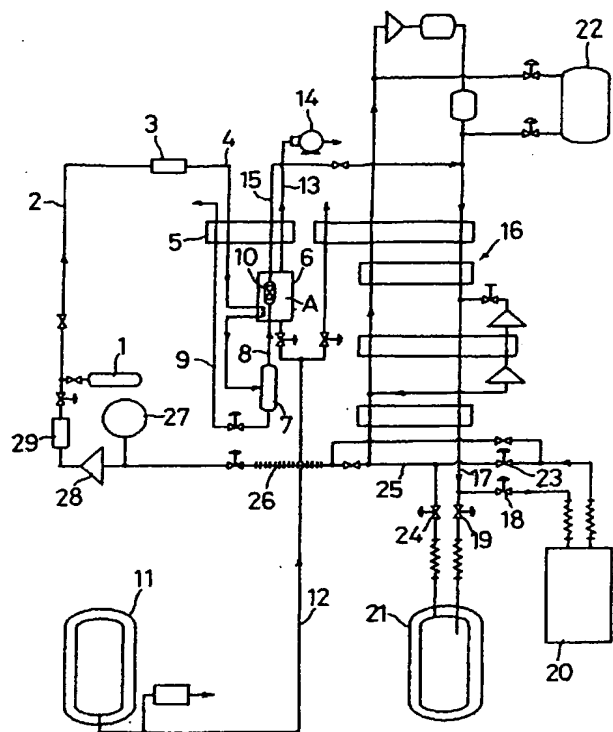
#### 4 図面の簡単な説明

第1図は本発明に係る低沸点物質精製方法の実施状態を示す模式的説明図、第2図は従来方法の実施状態を示す模式的説明図である。

(10) …… 吸着塔、(A) …… 閉空間。

代理人 弁理士 北 村 修

第 1 図



第 2 図

